

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-143601

(43)Date of publication of application : 21.05.2002

(51)Int.Cl.

B01D 1/06

G01N 1/36

G01N 1/28

(21)Application number : 2000-345418

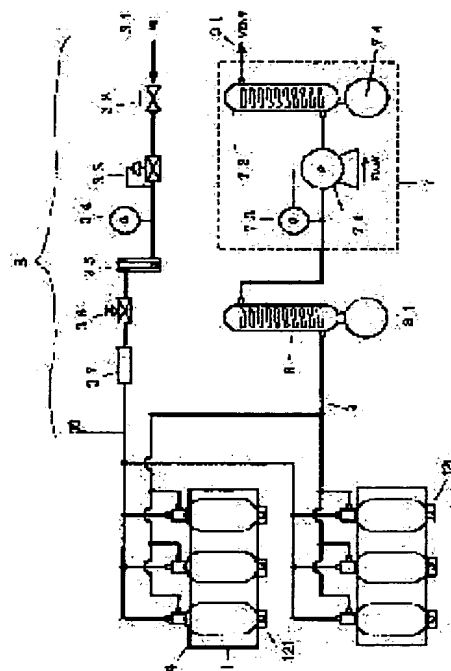
(71)Applicant : GL SCIENCES INC

(22)Date of filing : 13.11.2000

(72)Inventor : TOMARU KATSUHIKO  
NAKAYAMA TERUAKI  
TATSUKUCHI TAKESHI

## (54) METHOD AND APPARATUS FOR CONCENTRATING SOLVENT

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To simply concentrate a solvent used at the time of analyzing a chemical substance.**SOLUTION:** The solvent is concentrated so as not to dry a sample in a narrow pipe formed in the lowermost part of a vessel by keeping the temperature of the vessel at a prescribed temperature and reducing the pressure in the vessel by discharging the vapor of the solvent while supplying an inert gas in the vessel.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-143601

(P2002-143601A)

(43) 公開日 平成14年5月21日 (2002.5.21)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テマコード\* (参考)

B 0 1 D 1/06

B 0 1 D 1/06

2 G 0 5 2

G 0 1 N 1/36

G 0 1 N 1/28

Z 4 D 0 7 6

1/28

K

Y

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2000-345418 (P2000-345418)

(22) 出願日 平成12年11月13日 (2000.11.13)

(71) 出願人 390030188

ジーエルサイエンス株式会社

東京都新宿区西新宿6丁目22番1号

(72) 発明者 外丸 勝彦

福島県福島市岡島字長岬5番3号 ジーエ

ルサイエンス株式会社福島工場内

(72) 発明者 中山 照明

福島県福島市岡島字長岬5番3号 ジーエ

ルサイエンス株式会社福島工場内

(74) 代理人 100063842

弁理士 高橋 三雄 (外1名)

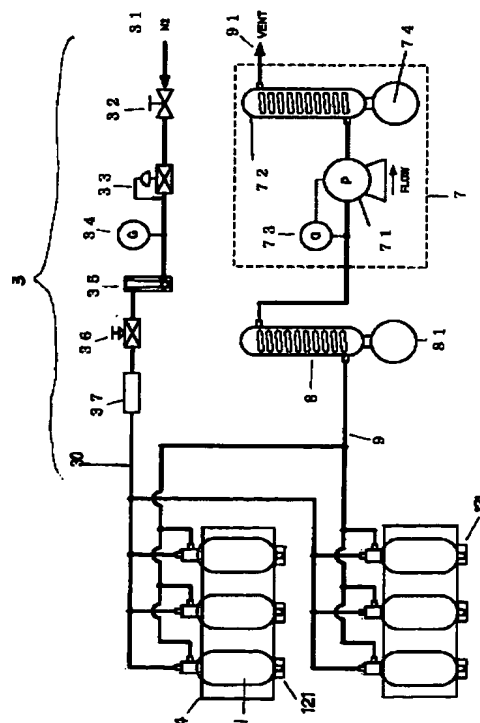
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 溶媒濃縮方法及び装置

(57) 【要約】

【課題】 化学物質の分析を行う際に使用される溶媒の濃縮を簡便に行うことができるようにする。

【解決手段】 容器を所望温度に保つと共に、該容器に不活性ガスを供給しつつ溶媒蒸気排出により容器内を減圧させながら、容器の最下部に形成した細管に試料を乾固させない状態で濃縮させる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 容器を所望温度に保つと共に、該容器に不活性ガスを供給しつつ溶媒蒸気排出により容器内を減圧させながら、容器の最下部に形成した細管に試料を乾固させない状態で濃縮させることを特徴とする溶媒濃縮方法。

【請求項2】 容器の最下部に、直径8mm以下の細管を設けた容器を使用することを特徴とする請求項1に記載の溶媒濃縮方法。

【請求項3】 容器を所望温度に保つと共に、該容器に不活性ガスを供給しつつ溶媒蒸気排出により容器内を減圧させながら、容器を振動させることにより、試料の容器への付着を防ぐことを特徴とする溶媒濃縮方法。

【請求項4】 加温装置に容器を着脱自在に装着すると共に、容器には減圧吸引装置と不活性ガス供給装置との接続コネクタを着脱自在に装着する一方、前記吸引流路と前記供給流路とを各容器ごと独立して設けたことを特徴とする溶媒濃縮装置。

【請求項5】 加温装置に容器を着脱自在に装着すると共に、加温装置を振とう台上に設置する一方、容器には減圧吸引装置と不活性ガス供給装置との接続コネクタを着脱自在に装着すると共に、接続コネクタには減圧吸引装置と不活性ガス供給装置を各容器ごとに独立して連結自在としたことを特徴とする溶媒濃縮装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、化学物質の分析を行う際に、溶媒抽出や抽出液のクリーンアップ（精製）したものを少量の溶媒量になるまで濃縮する溶媒濃縮方法及び装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 有機溶媒を濃縮する方法として、大量の溶媒を濃縮する場合は、ロータリーエバポレータが一般的に使用され、少量の溶媒を濃縮する場合は、クデルナーダニッシュの濃縮装置を使用したり、開放系で加熱及び窒素ガスを吹付けて、大気中に放出する濃縮装置が使用されている。又、密閉系の大気圧で加熱濃縮する装置も開発されている。

【0003】 ロータリーエバポレータは装置として古くからあり、溶媒を扱う殆どの実験室で利用されている。原理は冷却器の付いた回転する器具にナスフラスコを接続して、ナスフラスコの底部を温浴に浸けて加熱加温しながら濃縮する。又、濃縮スピードを上げるために、冷却器の後にアスピレータ等を接続して減圧状態にしながら加熱することにより、溶媒を早く濃縮する方法が取られている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ロータリーエバポレータやクデルナーダニッシュの装置では、一台の装置で一検体しか濃縮できず、必要な台数揃えるには多くの費用

が掛かり実験室のスペースを広く取る。又一度使用した装置は用いたフラスコだけでなく、複雑な装置内部までも洗浄して汚染防止の処置をしなければ、次の濃縮に使用することができないため、非常に効率が悪い。

【0005】 一方、大気開放系の濃縮装置は、大気中に有機溶剤を放出してしまい、環境汚染の基になる。又、同時多検体の処理ができるが、開放系であり、大気圧状態での濃縮のために、溶媒の沸点まで加熱しなければならない。更に、比較的低沸点成分や熱分解し易い成分の入ったサンプルでは、高温にできないため、濃縮時間が非常に長くなるという問題がある。又、蒸発溶媒は多検体でまじり合う結果となり、サンプル間での汚染の可能性も考えられる。

【0006】 密閉系での大気圧の濃縮装置は、濃縮するのに溶媒の沸点まで加熱しなければならず、非常に時間がかかることや高い温度にたくない溶媒や試料を扱うには向いていない。

【0007】 更に、現在ある濃縮装置の殆どは、濃縮した試料がフラスコなどの容器の内壁に試料が付着する構造と成っている。そのため目的成分を、全量回収するためには、濃縮溶液を回収した後、更に清浄な溶媒で何度もフラスコ内又は濃縮容器内を洗浄して回収する必要がある、全面に付着した試料を洗い流すためにはかなりの溶媒を必要とする。例えば、1mlに濃縮しても、数回洗浄すると、その洗浄液だけで数mlを必要とするため、全部の洗浄液を回収すると5mlまでに増加してしまい、微量濃縮に不向きという問題もある。特に、ダイオキシン分析においては、200ml程度の溶液を数百 $\mu$ lまで濃縮しなければならない上に、極度の汚染防止と、操作上の扱い易さが要求される。又、40℃以上に加熱すると、4塩化物以下のダイオキシン類等が飛散して、サンプルのロスが生じるので、取扱いにも細心の注意が要求される。

【0008】 更に、どの濃縮装置でも迅速な溶媒蒸発が必要とされる反面、ダイオキシン分析のように低沸点化合物を目的成分とする場合には、溶媒が全て蒸発し、乾固してしまわないことが重要となる。その蒸発溶媒と共に目的成分まで蒸発し、飛散する可能性が大きくなるからである。従って、濃縮の最終段階で目視により溶媒の状態を確認し、蒸発操作を停止させることになるが、一定の少量で確実に停止させることは困難であった。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 そこで本発明は、同時に多検体の溶媒濃縮と短時間での濃縮処理が可能であると共に、設置面積が小さくて済み、コンパクトに形成でき、又、開放系の環境にも影響を及ぼさず、他のサンプルにも影響を及ぼさない、更には容器の洗浄の手間がなく済み、且つ洗浄溶媒も少なく済み、その溶媒の乾固を防ぐ溶媒濃縮方法及び装置を提案せんとするもので、第1に容器を所望温度に保つと共に、該容器に不活

性ガスを供給しつつ溶媒蒸気排出により容器内を減圧させながら、容器の最下部に形成した細管に試料を乾固させない状態で濃縮させることを特徴とし、第2に容器を所望温度に保つと共に、該容器に不活性ガスを供給しつつ溶媒蒸気排出により容器内を減圧させながら、容器を振動させることにより、試料の容器への付着を防ぐことを特徴とし、第3に加温装置に容器を着脱自在に装着すると共に、容器には減圧吸引装置と不活性ガス供給装置との接続コネクタを着脱自在に装着する一方、前記吸引流路と前記供給流路とを各容器ごとと独立して設けたことを特徴とし、第4に加温装置に容器を着脱自在に装着すると共に、加温装置を振とう台上に設置する一方、容器には減圧吸引装置と不活性ガス供給装置との接続コネクタを着脱自在に装着すると共に、接続コネクタには減圧吸引装置と不活性ガス供給装置を各容器ごとに独立して連結自在としたことを特徴とする。

#### 【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明を図に示す実施例により詳細に説明する。1は容器で、濃縮用フラスコを使用する。この口部11には接続コネクタ2を着脱自在に設置してある。この接続コネクタ2は、口部11への嵌合部21を透明摺りにて嵌合自在とし、且つガス連結口22及びその下方に延ばした管23よりなる不活性ガス供給部24と、溶媒吸引口25及び管23の周囲の通孔26よりなる溶媒吸引部27とを構成してある。容器1の最下部に、内径8mm以下の細管12を形成させる。この細管12では溶媒の表面積が小さくなるため、蒸発速度が極端に遅くなり、長時間放置しなければ蒸発乾固することはない。更に、この細管12の周辺に何らかの冷却の仕組み121、例えば冷却水循環装置、冷媒循環装置、冷却ブロックを設けることは推奨される。そのことにより乾固を防ぐことが確実に行われるようになり、目視による溶媒量のチェックや時間による自動制御などを不要とすることもできることから簡便な操作が可能となる。

【0011】ガス連結口22には、不活性ガス供給管30が着脱自在に連結してある。該不活性ガス供給管30は、供給源31よりストップバルブ32、調圧器33、圧力計34、フローメータ35、マスフローコントローラ36、活性炭37を連結してあり、これらで不活性ガス供給装置3を構成している。又、前述したストップバルブ32を各容器1の吸引流路に設けることにより、容器1の数が少ない場合にも、無駄に不活性ガスを消費することを防ぐことができる。

【0012】4は加温装置で、アルミブロック方式、マントルヒータ、ウォーターバスを使用するが、恒温水槽も使用できる。アルミブロックを使用する場合、容器1をその透孔に挿通支承させる形で使用される。

【0013】5は振とう装置で、適宜の振とう装置、例えばバイブレータ方式、牽引装置等所望の形式を用いる

ことができる。前記加温装置4は振とう装置5に固定され、振とう装置5の振とう台51は基体6上に振とう自在に載置されている。恒温水槽を加温装置4として使用する場合、その全体を振とうする振とう恒温水槽41とすることができる。

【0014】7は減圧吸引装置として作用する溶媒回収装置で、吸引ポンプ71と、それに連通するキュラー72、必要に応じて設ける圧力計73により構成され、キュラー72下部には液溜め74が着脱自在或いは設置自在としてある。8は減圧吸引装置としての減圧コンデンサーで、排出管9に連通してある。該減圧コンデンサー8を設置せず、接続コネクタ2のガス連結口22と排出管9を介して溶媒回収装置7を連結してもよい。又、減圧コンデンサー8下部には液溜め81を設置しておくのがよい。溶媒回収装置7のキュラー72には排出口91を設けてある。又、濃縮装置全体を自動制御する機構として図2に示すフロー図を一例として示す。

【0015】10はコントローラで、以下の制御器の各種を制御するコントローラの一括した概念を示している。恒温水槽等のヒータの温度センサー等を含む温度コントローラ、振とう装置の速度コントローラ、不活性ガス供給管3のマスフローコントローラ36との連結による不活性ガス供給量の制御、溶媒回収装置7の吸引ポンプ71の制御による溶媒排出量乃至減圧度の制御、更にはその圧力計73の信号を吸引ポンプ71の制御等の夫々の制御度及びそれらを予め組込むプログラムに則った制御によって一部自動乃至全自動が可能になり、例えば、溶媒の蒸発速度の調節、減圧の程度の制御により、濃縮速度の調節が可能になる。図において、101は容器1の収納部を示し、恒温水槽や振とう装置を含む広範な場所を示している。

#### 【0016】

【実施例】実際の使用に際しては、容器1を所望数設置できる加温装置4を使用する。各容器1には接続コネクタ2を嵌合させ、そのガス連結口22には不活性ガス供給管30を、溶媒吸引口25には排出管9を接続自在としてある。不活性供給管30や排出管9の接続には、螺子式、嵌合式等所望の接続方式が採用される。勿論、試料は予め容器1に入れられ、容器1を加温装置4にセットし、不活性ガス供給管30、排出管9をセットする加温装置4により容器1を加温し、溶媒に応じた適温に加温する。一方、不活性ガス供給管30からは試料に合わせて必要量の窒素ガス等の不活性ガスを供給する。

【0017】供給する窒素の量は、濃縮する溶媒の量によるが、大量に流す必要がない。溶媒200mlを濃縮する場合でも、50から100ml/min程度の窒素ガスで充分である。窒素ガスの流れが、蒸発してきた有機溶媒の移動をスムーズにし、容易に冷却器の方へ導く役目をするので、大量に流す必要がない。窒素ガスの流量と溶媒濃縮速度にはあまり関係がなく、窒素ガスは溶媒蒸気

のスムーズな移動を助けるための補助として働いていると考えられる。

【0018】例えば、試料溶液の溶媒がトルエンである場合、振とうさせずに窒素ガスを流しながら加熱濃縮するには、沸点の関係から減圧度が $-97\text{ Kpa}$ 以下にならないように流す窒素ガスの流量をおおよそ10から100ml程度に調整しつつ、濃縮を行う。液面が容器の底に近づくにつれて濃縮速度が遅くなり、特に容器の最下部に設けた細管まで濃縮が進むと、溶媒の表面積が減少して、より一層濃縮速度が減少する。そのため、試料溶液の溶媒を濃縮して除く場合に乾固するのを防ぐ効果が高くなる。

【0019】又、振とうして濃縮を行った場合、溶媒の濃縮速度は窒素ガスを流したときより速くなる。しかし、50rpmの振とう速度であり効果が少ないことが分った。100rpmの振とう速度では、濃縮時間を約半分まで減らすことができた。これらの実験結果を図7により示す。又、それ以上に振とうスピードが速くなると、溶媒がフラスコ内部で不規則な振動を起こし、容器1の内壁上部まで跳ね上り、容器1を汚してしまうので、100rpm程度の振とう速度が最適であることが判った。但し、溶媒の種類、粘度等により、振とうの最適値は多少変わる。

【0020】更に、一定の量まで溶媒を濃縮したら、細管部分に冷媒を循環させるなどして溶媒の蒸発速度を遅らせ、目的とするサンプル量になったことを確認し、濃縮操作を終了する。又、濃縮装置に振とう速度の自動調節機構と、窒素ガス流量の時間及び減圧度による自動調節機構を設けてやれば、最短の濃縮時間で蒸発乾固を防ぐ条件を設定することができる。即ち、濃縮開始時においては、極微量の窒素ガスを流し、振とう速度を100rpmにセットし、溶媒が数グラムまで減少する時間にセットして振とうを止める。振とうを停止したら、窒素ガス流量を、減圧度が $-97\text{ kpa}$ （溶媒がトルエンの場合）より悪くならないように制御させながら増加させる。最終濃縮で数百マイクロリッターまでの極少量を乾固することなく行うことができる。

#### 【0021】

【発明の効果】以上述べたように本発明の請求項1によれば、容器を所望温度に保つと共に、該容器に不活性ガスを供給しつつ溶媒蒸気排出により容器内を減圧させながら、容器の最下部に形成した細管に試料を乾固させない状態で濃縮させたので、溶媒蒸発に都合よい温度に加温し、不活性ガスの注入による気流により、溶媒蒸気を移動させ、溶媒排出を徐々に促進させ、試料の容器内壁への付着防止、突沸防止が図れる。又、溶媒吸引等の容器内への減圧により、溶媒蒸発促進が図れる。排出溶媒等は完全に回収され、かつ沸点まで加熱し、時間が掛かるのを相乗作用によって短縮できる効果がある。

【0022】又、請求項2によれば、容器の最下部に、

直径8mm以下の細管を設けたので、容器の最下部の細管まで濃縮が進むと、溶媒の表面積が減少してより一層濃縮速度が減少する。そのため、試料溶液の溶媒を濃縮して行く場合に、蒸発乾固するのを防ぐ効果が高くなる。

【0023】又、請求項3によれば、容器を所望温度に保つと共に、該容器に不活性ガスを供給しつつ溶媒蒸気排出により容器内を減圧させながら、容器を振動させることにより、試料の容器への付着を防ぐので、溶媒蒸発に都合よい温度に加温しつつ、不活性ガスの注入による気流により溶媒蒸気を移動させて溶媒排出を促進させる。又、容器の振とうにより蒸発速度の促進と共に、試料の容器内壁への付着防止、更には突沸の防止が図れる。

【0024】又、溶媒吸引等の容器内の減圧により、溶媒蒸発促進が図れる。然も、これらが単独でなく、夫々が同時に作用することによって、相乗的に働き、顕著な濃縮操作ができたのである。又、排出溶媒等は、完全に回収され、且つ沸点まで加熱し時間がかかるのを、相乗作用によって短縮できる効果がある。

【0025】又、請求項4によれば、加温装置に容器を着脱自在に装着すると共に、容器には減圧吸引装置と不活性ガス供給装置との接続コネクタを着脱自在に装着する一方、前記吸引流路と前記供給流路とを各容器ごと独立して設けたので、請求項1の効果の他に、更に多数の試料の濃縮のための必要な容器を必要個数装置に設置でき極めて小型化でき、設定費用の節約とスペースの効率的使用が可能となった。容器への不活性ガス供給装置と溶媒吸引に減圧装置とを別々に設けるのでクロスコンタミの防止ができる。更に、試料に接する部分の構成が簡単であり、且つ分割形成してあり、洗浄作業が極めて容易である。

【0026】更に、請求項5によれば、加温装置に容器を着脱自在に装着すると共に、加温装置を振とう台上に設置する一方、容器には減圧吸引装置と不活性ガス供給装置との接続コネクタを着脱自在に装着すると共に、接続コネクタには減圧吸引装置と不活性ガス供給装置を各容器ごとに独立して連結自在としたので、請求項4に記載の効果の他に、振とう台と他の減圧吸引装置、不活性ガス供給装置、加温装置と組合せ、従来より濃縮速度を速く、然も容器の内壁への試料の残留防止、突沸の防止ができ、効率の良い溶媒濃縮方法を実現できた。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明一実施例フロー説明図

【図2】本発明他実施例フロー説明図

【図3】本発明一実施例装置概略正面図

【図4】同上側面図

【図5】本発明一要部正面説明図

【図6】同上一部拡大説明図

【図7】容器振とう速度による濃縮速度比較表

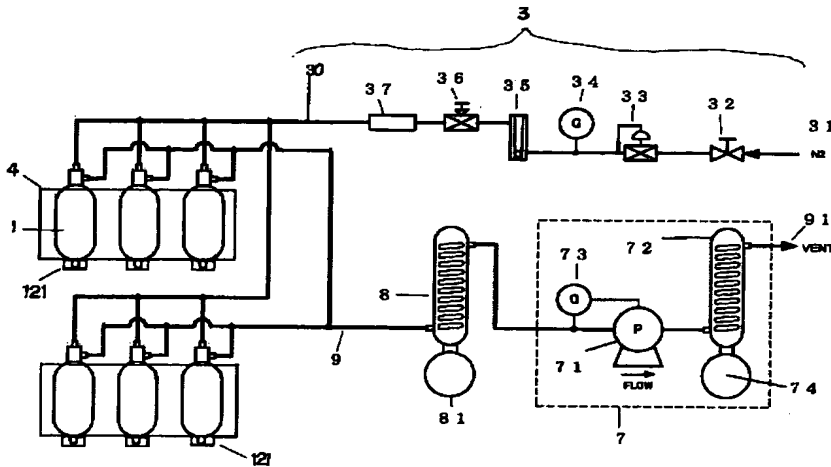
## 【符号の説明】

- 1 容器  
2 接続コネクタ  
3 不活性ガス供給装置  
4 加温装置  
5 振とう装置

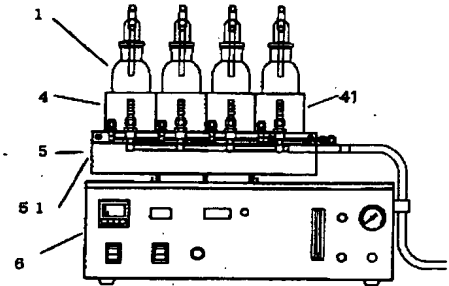
- \* 6 基体  
7 溶媒回収装置  
8 減圧コンデンサー  
9 排出管  
10 コントローラ

\*

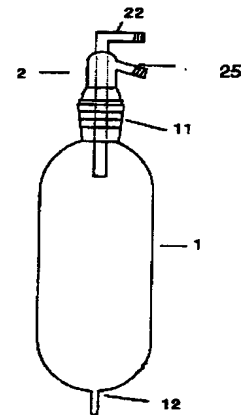
【図1】



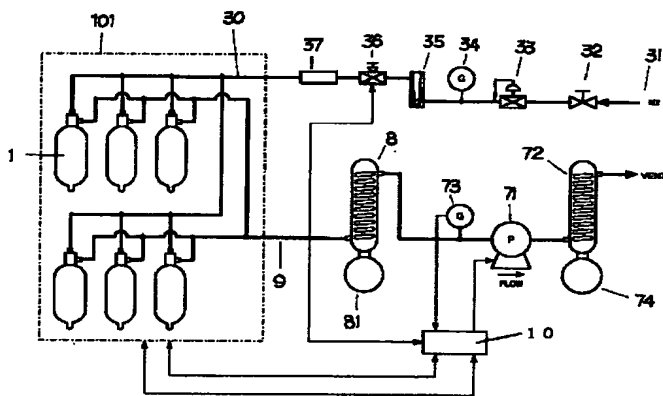
【図3】



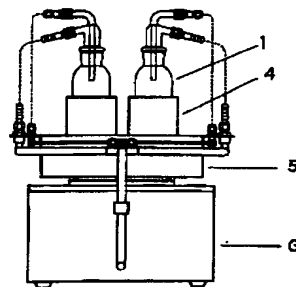
【図5】



【図2】

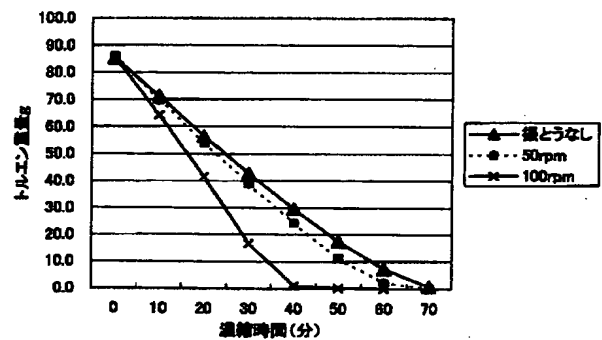


【図4】

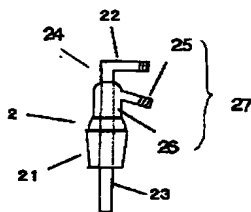


【図7】

トルエン濃縮速度



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 辰口 健  
福島県福島市岡島字長岬 5 番 3 号 ジーエ  
ルサイエンス株式会社福島工場内

F ターム(参考) 2G052 AD26 EB11 ED01 FB08 HC25  
4D076 AA07 AA12 AA24 BA01 BA02  
BA07 BC03 CA01 CA02 CD22  
CD50 DA04 EA10Y EA14Y  
EA16Y FA31 HA14 JA03  
JA04 JA05